

POLYAMIDES RECHERCHE DE CERTAINS STABILISANTS A LA CHALEUR

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT D40 1415.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A. et RENAULT en JUILLET 1993.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description des réactions utilisées pour mettre en évidence la présence, à la chaleur, de certains stabilisants contenus dans les polyamides.

En fonction de ces stabilisants, deux procédés peuvent être utilisés :

Procédé A :

Cas des stabilisants organiques à base d'amines aromatiques ou de dérivés phénoliques, utilisés pour stabiliser les polyamides PA11 et PA12.

Procédé B :

Cas des stabilisants minéraux à base de sels de cuivre utilisés pour stabiliser les polyamides PA6 et PA66.

2.PRINCIPE

Procédé A

Les stabilisants organiques sont isolés par extraction à l'aide d'un solvant binaire alcool + toluène et caractérisés par deux réactions colorées, l'une de diazotation, l'autre d'oxydation.

Procédé B

Les stabilisants minéraux à base de sels de cuivre sont caractérisés, après calcination du polyamide, par une réaction colorée caractéristique du cuivre utilisant le sodium diéthylthiocarbamate. La plupart des cations gênants est complexée par l'acide éthylènediaminetétraacétique (E.D.T.A.). Seul le molybdène présent en quantité importante dans les polyamides chargés de molybdène bisulfure, demeure gênant. Il est, dans ce cas, nécessaire d'utiliser un réactif différent, la diphénylcarbazine qui permet de mettre en évidence des traces de cuivre en présence d'une forte teneur en molybdène.

Nota : Certains polyamides peuvent renfermer des traces de cuivre sans qu'il s'agisse d'une qualité stabilisée. Il est donc recommandé de disposer de deux éprouvettes témoins provenant du même fournisseur que le matériau à essayer, l'une de ces éprouvettes correspondant à une qualité non stabilisée et l'autre représentant le matériau stabilisé approuvé.

3.PROCEDE A

3.1.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.1.BALLON

de 100 ml équipé d'un rodage N° 3 et d'un réfrigérant à boule.

3.1.2.PIPETTE

de 0,5 ml.

3.1.3.PLAQUE A GODETS

3.1.4.TUBES A ESSAI

de diamètre 12 mm et d'une longueur de 120 mm.

3.1.5.EPROUVETTE

graduée de 10 ml.

3.1.6.SOLVANT BINAIRE

constitué de 65 % de toluène pur et de 35 % d'alcool éthylique absolu (en volume).

3.1.7.REACTIF DE DIAZOTATION

constitué de 10 ml de nitrite de tertibutyle, de 1 ml d'acide acétique et de 50 ml de butanol normal. Ce réactif doit être conservé au frais et à l'obscurité.

3.1.8.PEROXYDE DE BENZOYLE PUR

3.2.MODE OPERATOIRE

- Découper le polyamide à examiner en petits granulés.
- Placer environ 1 gramme du polyamide ainsi découpé dans le ballon rodé (3.1.1).
- Ajouter 10 ml environ de solvant binaire (3.1.6).
- Chauffer à reflux pendant 2 heures. Soit E la solution obtenue.
- Après refroidissement, déposer 0,5 ml de solution E dans une alvéole de la plaque à godets (3.1.3).
- Abandonner à l'air jusqu'à évaporation de la majeure partie du solvant.
- Ajouter alors 1 à 2 gouttes de réactif de diazotation (3.1.7). Observer la coloration obtenue.
- Effectuer parallèlement un second essai ; introduire 3 à 4 ml de solution E dans un tube à essai (3.1.4).
- Ajouter quelques milligrammes de peroxyde de benzoyle (3.1.8).
- Agiter énergiquement. Observer la coloration qui se développe au cours des 5 minutes qui suivent.

3.3.EXPRESSION DES RESULTATS

Noter pour chaque réactif s'il y a eu apparition d'une coloration et la teinte obtenue.

- Si les deux réactions décrites au paragraphe 3.2 ne font apparaître aucune coloration, le polyamide examiné ne renferme probablement pas de stabilisants organiques du type amine aromatique ou dérivé phénolique.
- Si la réaction de diazotation entraîne une coloration généralement jaune alors que la réaction d'oxydation n'en laisse pas apparaître, le polyamide examiné renferme probablement un stabilisant phénolique.
- Si les deux réactions sont positives, le stabilisant est presque certainement du type amine aromatique et les coloris généralement obtenus sont : rouge orangé avec le réactif stabilisant (3.1.7) ; rouge sombre avec le réactif (3.1.8).

4.PROCEDE B

4.1.APPAREILLAGE ET REACTIFS

4.1.1.BEC BUNSEN